

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-197502

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)8月6日

B 22 F 1/00

L

7511-4K

C 09 C 1/66

P B L

A

7511-4K

C 22 C 9/01

7038-4J

8015-4K

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全5頁)

⑭ 発明の名称 鱗片状金属粉体及びその製法

⑰ 特 願 平1-16426

⑱ 出 願 平1(1989)1月27日

⑲ 発 明 者 横 山 明 典 岡山県倉敷市潮通3丁目13番1 旭化成工業株式会社内
⑲ 発 明 者 中 島 齊 岡山県倉敷市潮通3丁目13番1 旭化成工業株式会社内
⑲ 出 願 人 旭化成工業株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
⑲ 代 理 人 弁理士 小松 秀岳 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

鱗片状金属粉体及びその製法

2. 特許請求の範囲

- (1) 平均組成が $Cu_x Al_{1-x}$ ($0.4 \leq x \leq 0.995$) で表わされ、かつ、表面の Al 組成比 (対 Cu) が平均の Al 組成比 (対 Cu) より大きいことを特徴とする鱗片状金属粉体。
- (2) 平均組成が $Cu_x Al_{1-x}$ ($0.4 \leq x \leq 0.97$) で表わされ、かつ、表面の Al 組成比 (対 Cu) が平均の Al 組成比 (対 Cu) より大きいことを特徴とする鱗片状金属粉体顔料。
- (3) 平均組成が $Cu_x Al_{1-x}$ ($0.8 \leq x \leq 0.995$) で表わされ、かつ、表面の Al 組成比 (対 Cu) が平均の Al 組成比 (対 Cu) より大きいことを特徴とする鱗片状導電性金属粉体。
- (4) 銅とアルミニウムの融液を不活性ガス雰囲気中で急冷凝固して粉体とし、ついで、展延して鱗片状にすることを特徴とする請求項

(1) ないし (3) の何れかに記載の鱗片状金属粉体の製法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は自動車、電子装置などのメタリック塗装、電磁遮蔽、帯電防止などに用いられる金属粉体およびその製法に関する。

〔従来の技術〕

アルミニウム粉末は自動車、電気製品などのメタリック塗装、金属色インクなどの顔料として公知である。電磁遮蔽や帯電防止などに用いられる導電性粉体として銅、銀メッキ品の粉末が公知である。(特公昭47-3019号、特開昭60-243277号、特開昭61-163975号参照)

自動車などのメタリック塗装用顔料としてアルミニウム粉末を用いた場合、色はいわゆる銀色に限られており、多様性に欠ける。銅の粉末は酸化されて黒っぽくなりメタリック塗装用顔料には適さない。電磁遮蔽などに用いるいわゆる導電性粉体として用いると、銅粉末は酸化が

容易に進行し、導電率の維持が困難である。アルミニウム粉末の場合、表面に緻密な酸化物層が生成し十分な導電率を示さない。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明は、メタリック塗装用顔料として色調の選択範囲が広く、かつ、掩蔽力が大きく、かつ、色調の経時変化がない顔料、ならびに、導電性金属粉体として用いた時には、導電率が高く、かつ、長い間変化しない、安定性のよい鱗片状金属粉体およびそれらの製法を提供しようとするものである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明者らは前記課題の解消された金属粉体について鋭意検討した結果、平均組成が $Cu_x \cdot Al_{1-x}$ (ただし、 $0.4 \leq X \leq 0.995$) で表わされ、かつ、表面の Al 組成比 (対 Cu) が平均の Al 組成比より大きいことを特徴とする鱗片状金属粉体を見出し、本発明に到達した。すなわち、本発明は平均組成が $Cu_x \cdot Al_{1-x}$ (ただし、 $0.4 \leq X \leq 0.995$) で表わされ、表面

$x \leq 0.995$) で表わされる鱗片状金属粉体の表面はアルミニウムに富んでおり、アルミニウムの濃度が表面にむかって次第に増大する領域を有する。表面の Al 組成比 (対 Cu) は平均の Al 組成比の 2 倍以上、好ましくは 4 倍以上、更に好ましくは 10 倍以上である。上記 Al 組成比とは Al / Cu (原子比) を意味する。

表面組成は XPS (X 線光電子分光分析装置) を用いアルゴンイオンでエッチングし、ついで、X 線源としてマグネシウムの K α 線を用いて分析する。エッチング、ついで分析操作を 5 回繰り返し、5 回の分析の平均を表面組成とした。アルゴンエッチングは、毎回、アルゴン圧力 10^{-7} torr、加速電圧 3keV、入射角 90 度で 10 分間行なった。平均組成は試料を濃硝酸に溶解し、ICP (高周波誘導結合型プラズマ発光分析計) を用いて測定した。

本発明の鱗片状金属粉体の径/厚さ比 (平均) は 10 以上が好ましい。大きさの測定には走査型電子顕微鏡を用い、100 個の粉体の長径の平均

の Al 組成比 (対 Cu) が平均の Al 組成比より大きいことを特徴とする鱗片状金属粉体およびその製法に関する。

本発明の平均組成が $Cu_x \cdot Al_{1-x}$ ($0.4 \leq X \leq 0.995$) で表わされる鱗片状金属粉体は掩蔽力並びに輝度が高い上、は X を 0.4~0.995 の間で変えることにより明銅色、金色、明黄色、銀黄色など種々の色が出る上、大気中で酸化による変色が起らない。メタリック塗装用などの金属顔料として用いる場合、X は 0.4~0.97 が好ましく、0.5~0.97 が更に好ましく、0.5~0.9 が一層好ましい。

本発明の平均組成が $Cu_x \cdot Al_{1-x}$ ($0.4 \leq x \leq 0.995$) で表わされる鱗片状金属粉体は導電性が高い上、その経時劣化がなく優れた導電性金属粉体である。導電性金属粉体として用いる場合の X は 0.8~0.995 が好ましく、0.90~0.99 が更に好ましく、0.92~0.98 がもっとも好ましい。

本発明の平均組成が $Cu_x \cdot Al_{1-x}$ ($0.4 \leq$

を平均径とした。平均厚さも同様にして測定した。

本発明の平均組成が $Cu_x \cdot Al_{1-x}$ ($0.4 \leq x \leq 0.995$) で表わされる鱗片状金属粉体を製造するには銅とアルミニウムの融液 (以下融液という) を急冷凝固し、ついで、展延するのであり、たとえば、好ましくは不活性ガス中で、熱伝導性のよい高速回転体と衝突凝固させ、ついで、展延する方法、あるいは、噴出する融液に不活性ガスの高速気流を衝突急冷凝固させ (ガスアトマイジング法)、ついで、展延する方法等が挙げられる。凝固する際の冷却速度は 10^3 °C/秒以上が好ましく、 10^3 °C/秒以上が更に好ましい。熱伝導性の良い高速回転体とは銅、銅合金、クロム、ステンレス等の金属性で、形状は円柱状、円盤状などであり、回転周速度は衝突位置で平均 1,000ないし 10,000rpm/min が好ましく、1,000~3,000rpm/min が更に好ましい。高速回転体に冷却機構を付けても良い。不活性ガスとは本発明の融液と全く、あるいは、きわ

めてゆるやかにしか反応しないガスであり、たとえば、アルゴン、ヘリウム、窒素あるいはそれらの混合物である。

不活性ガスの高速気流を発生させるには、たとえば、高圧の不活性ガスを噴出させ実質的に断熱膨脹させる方法がある。

本発明の鱗片状金属粉体の製法において展延する方法としては、例えば、ボールミル等を用いて機械的に展延する方法が挙げられる。この際、不活性あるいは還元性雰囲気が好き、かつ、不活性液体中で行なうのが更に好ましい。不活性液体としてはミネラルスピリット、ソルベントナフサ等の有機溶剤が挙げられる。不活性液体の使用量は1ないし1,000ml/g粉体が好ましい。展延する際、公知の分散助剤を加えてもよい。

【実施例】

実施例と比較例によって本発明を具体的に説明する。

実施例1

表面より、Al/Cu（原子比）10、9、8、7、6であり、表面のAl組成比（対Cu）（前記5個の測定値の平均）は8であった。

得られた鱗片状粉体30gをアクリル系熱可塑性樹脂20gと、エチルセロソルフ5gの液に分散し、ポリエステルフィルムへ塗布し、50℃で乾燥した。塗膜の厚さは35μmであった。4端子法で測定した塗膜の体積抵抗率は $2 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$ であった。この塗布したフィルムを80℃、湿度70%の大気中に400時間放置した。体積抵抗率はほとんど変わらなかった。

実施例2

銅粉（純度99.9%以上）120gとアルミニウム粉（純度99.9%以上）5gを混合し、アルミナ増場中（底にストッパー付きのノズルを有する）、アルゴン雰囲気中で、高周波誘導加熱法によって熔融した。融液をほぼ常圧のアルゴン雰囲気へ10秒間に噴出した。同時にポンベ入りアルゴンガス（ポンベ圧100気圧） 3.8Nm^3 を噴出する融液に向けて噴出した。平均径10μmの

銅粉（純度99.9%以上）120gとアルミニウム粉（純度99.9%以上）5gを混合し、アルミナ増場中（底にストッパー付きのノズルを有する）アルゴン雰囲気中で高周波誘導加熱法によって熔融した。融液をほぼ常圧のアルゴン雰囲気中で高速回転する円盤（直径200mm、厚さ10mm、崩裂、回転速度7200rpm表面温度20ないし50℃）へ向けて6秒間に噴出した。同時にポンベ入りのアルゴンガス（ポンベ圧100気圧） 3.3Nm^3 を6秒間に噴出する融液に向けて放出した。平均径40μmの球状粉体を得られた。第1図にこの球状粉体の電子顕微鏡写真を示した。

この球状粉体40gを振動式ボールミル（吉田製作所製）中で直径15mmのステンレスボール100個、ミネラルスピリット100mlを用いて展延した。平均径30μm、平均厚さ1μmの鱗片状粉体を得られた。第2図にその電子顕微鏡写真を示した。

ICPで測定した平均のAl組成比（対Cu）は0.09であった。XPSを用いた測定結果は、

球状粉体を得られた。ついで、実施例1と同様な方法で展延した。平均径30μm、平均厚さ2μmの鱗片状粉体を得られた。

平均のAl組成比（対Cu）は0.09であった。XPSを用いた測定結果は、表面より、Al/Cu（原子比）7、6、5、4、3であり、表面のAl組成比（対Cu）（前記5個の測定値の平均）は5であった。得られた鱗片状粉体35gをアクリル系熱可塑性樹脂20gと、エチルセロソルフ5gの液に分散し、ポリエステルフィルムへ塗布し、50℃で乾燥した。塗膜の厚さは40μmであった。4端子法で測定した塗膜の体積抵抗率は $1 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$ であった。この塗布したフィルムを80℃、湿度70%の大気中に400時間放置した。体積抵抗率はほとんど変わらなかった。

実施例3

銅粉（純度99.9%以上）63gとアルミニウム粉（純度99.9%以上）5gを混合し、アルミナ増場中（底にストッパー付きのノズルを有す

る)、アルゴン雰囲気、高周波誘導加熱法によつて溶解した。

融液をほぼ常圧のアルゴン雰囲気中で8000 rpmで回転する円盤(実施例1で用いた円盤と同一材料、形状)の中心より50mmのところ(周速1800m/s)へ8秒間に噴出した。同時にポンベ入りアルゴンガス(ポンベ圧100気圧)1.4 N m^2 を噴出する融液に向けて噴出した。平均径40 μm の球状粉体を得られた。ついで、実施例1と同様な方法で展延した。平均径25 μm 、平均厚さ1 μm の鱗片状粉体を得られた。この粉体は黄金色を示していた。平均のAl組成比(対Cu)は0.19であった。XPSを用いた測定結果は、表面より、Al/Cu(原子比)13, 12, 11, 10, 9であり、表面のAl組成比(対Cu)(前記5個の測定値の平均)は11であった。この鱗片状粉体2gをジメチルエタノールアミン水溶液(PH.9.2)に浸し、50℃で1時間保った。発生する水素は0.06 NTPmlであった。

実施例4

銅粉(純度99.9%以上)8gとアルミニウム粉(純度99.9%以上)27gを混合し、アルミナ坩堝中(底にストッパー付きのノズルを有する)、アルゴン雰囲気、高周波誘導加熱法で溶解した。融液をほぼ常圧のアルゴン雰囲気中で7200 rpmで回転する円盤(実施例1で用いた円盤と同一材料、形状)の中心より50mmのところ(周速2200m/s)へ6秒間に噴出した。同時にポンベ入りアルゴンガス(ポンベ圧100気圧)2.7 N m^2 を噴出する融液に向けて噴出した。平均径30 μm の球状粉体を得られた。ついで、実施例1と同様な方法で展延した。平均径40 μm 、平均厚さ1.5 μm の鱗片状粉体を得られた。この粉体は黄金色を示していた。平均のAl組成比(対Cu)は1.0であった。XPSを用いた測定結果は、表面より、Al/Cu(原子比)30, 29, 28, 23, 20であり、表面のAl組成比(対Cu)(前記5個の測定値の平均)は25.8であった。この鱗片状粉体2gをジメチルエタノールアミン水溶液(PH.9.2)に浸し、50℃で1時

間保った。発生する水素は0.03 NTPmlであった。

比較例1

市販の銅粉(PCC115)10gを実施例1と同様にしてポリエステルフィルムに塗布した。塗膜の体積抵抗率は $1 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$ であった。80℃、湿度70%の大気中に400時間放置後の体積抵抗率は $6 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$ であった。

[発明の効果]

以上説明したように本発明は新規な色を呈し、施着力が大きく、色調の変化のないメタリック塗装用金属粉体顔料、導電性が大きく、経時劣化の少ない導電性金属粉体として好適な鱗片状金属粉体を提供することができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例1の金属粉の原料粉の粒子構造を示す電子顕微鏡写真。

第2図は本発明の実施例1の金属粉の粒子構造を示す電子顕微鏡写真である。

図 1
方

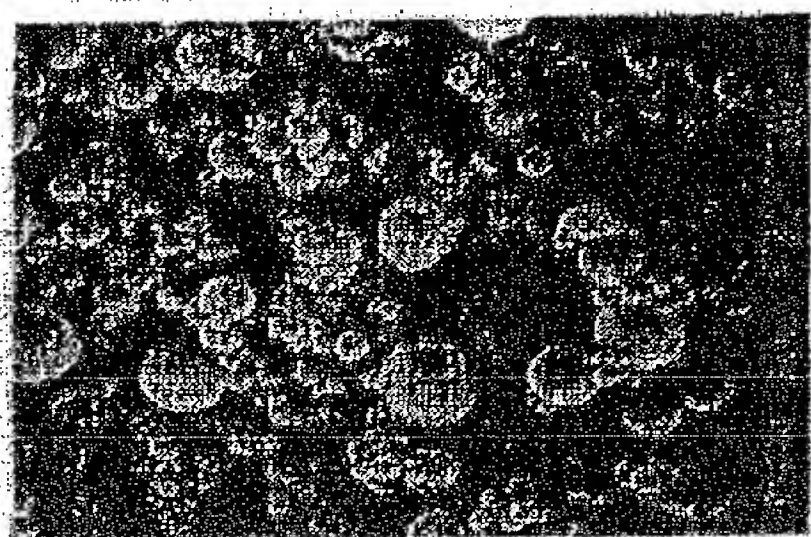


図 2
方

